

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representation of  
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Doc. 1-1 on ss 2 from WPIL using MAX

©Derwent Information

## Prod'n. of solid detergents with high bulk density - using alkyl sulphate or olefin or alkyl-aromatic sulphonate additive to improve dissolution

**Patent Number : DE4203031**

*International patents classification : C11D-011/00 C11D-017/06 B01J-002/20 C11D-001/14 C11D-001/22 C11D-001/37 C11D-003/34*

**• Abstract :**

DE4203031 A Prod'n. of solid detergents or detergent components with high bulk density from materials comprising anionic surfactants, builders, alkalising agents, liq. nonionic surfactants and opt. water or aq. solns. is effected by premixing the solid materials, adding the liq. materials, simultaneously or subsequently granulating the mixt., and opt. drying the prod..

To improve the dissolution behaviour of the prod., an additive (I) selected from fatty alkyl sulphates, olefin sulphonates and alkylaromatic sulphonates is added after premixing the solid materials.

Also claimed is the use of additive selected from fatty alkyl sulphates and olefin sulphonates for improving the dissolution behaviour of solid detergents.

Pref. (I) is an 8-18C alkyl sulphate, 12-18C olefin sulphonate, toluenesulphonate or cumenesulphonate. It is added in amt. of 0.5-8 (esp. 1-3) wt.%, either in solid form or as 25-60% aq. soln. opt. contg. the nonionic surfactant(s). Disintegrant, esp. polyalkylene glycol or ethoxylated 8-18C alcohol, is also added to the nonionic surfactant component.

ADVANTAGE - Addn. of (I) reduces dissolution times, esp. at low temps. (15-60 deg.C). (Dwg.0/0)

**• Publication data :**

Patent Family : DE4203031 A1 19930805 DW1993-32 C11D-011/00 11p \* AP: 1992DE-4203031 19920204  
WO9315180 A1 19930805 DW1993-32 C11D-017/06 Ger 36p  
AP: 1993WO-EP00182 19930127 DSNW: JP KR US DSRW: AT  
BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE  
Priority n° : 1992DE-4203031 19920204  
Covered countries : 19  
Publications count : 2  
Cited patents : EP-208534; EP-342043; EP-460897; WO9102047

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL KGAA  
Inventor(s) : BOECKER M; GONZALEZ RA; JACOBS J;  
KUEHNE N; LARSON B; PAWELCZYK H; SCHNEPP K;  
SEITER W; SMULDERS E; VOGT G; ARTIGAGONZALEZ R

**• Accession codes :**

Accession N° : 1993-250636 [32]  
Sec. Acc. n° CPI : C1993-111108

**• Derwent codes :**

Manual code : CPI: A12-W12A A12-  
W12B D11-A07 D11-B17 D11-D03 E10-  
A09A E10-A09B  
Derwent Classes : A97 D25 E19

**• Update codes :**

Basic update code : 1993-32  
Equiv. update code : 1993-32

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 42 03 031 A 1

21 Aktenzeichen: P 42 03 031.5  
22 Anmeldetag: 4. 2. 92  
23 Offenlegungstag: 5. 8. 93

51 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
C 11 D 11/00  
C 11 D 17/00  
C 11 D 1/14  
B 01 J 2/20  
// (C 11 D 11/00, 1:02,  
1:14, 1:66, 3:12, 3:37,  
1:22, 1:72, 9:04, 3:39,  
3:40, 3:386, 3:50)

DE 42 03 031 A 1

71 Anmelder:  
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:  
Schnapp, Kathrin, Dr., O-4070 Halle, DE; Jacobs,  
Jochen, Dr., 5600 Wuppertal, DE; Pawelczyk, Hubert,  
Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Kühne, Norbert, 5657 Haan,  
DE; Larson, Bernd, Dr., 5140 Erkelenz, DE; Seiter,  
Wolfgang, Dr., 4040 Neuss, DE; Gonzalez, Rene  
Artiga, 4000 Düsseldorf, DE; Böcker, Monika, Dr.,  
4000 Düsseldorf, DE; Vogt, Günther, Dr., 4164  
Tönisvorst, DE; Smulders, Eduard, Dr., 4010 Hilden,  
DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren zur Herstellung fester Wasch- und Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht und verbesserter  
Lösengeschwindigkeit

57 Es sollten feste Wasch- und Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht oder eine Komponente eines festen Wasch- und Reinigungsmittels mit hohem Schüttgewicht durch Zusammenfügen fester und flüssiger Waschmittelrohstoffe unter gleichzeitiger oder anschließender Formgebung und gewünschtenfalls Trocknung hergestellt werden, wobei die Mittel, die üblichen Inhaltstoffe wie Aniontenside, Builder-substanzen, Alkalisierungsmittel und flüssige Niotenside sowie gegebenenfalls Wasser oder wäßrige Lösungen enthalten, eine verbesserte Lösengeschwindigkeit bei Temperaturen zwischen 15 und 60°C aufweisen. Dies wurde dadurch erreicht, daß zunächst alle festen Bestandteile miteinander vermischt und anschließend die flüssigen Bestandteile hinzugegeben wurden, wobei zur Verbesserung des Auflösungsverhaltens ein Zusatzstoff nach dem Vermischen der festen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wurde. Der das Auflösungsverhalten verbessernde Zusatzstoff besteht aus Fettsalkylsulfat, Olefinsulfonat, alkylaromatischen Sulfonaten oder Mischungen aus diesen. Der per se feste Zusatzstoff kann entweder als letzter fester Bestandteil zu den übrigen festen vermischten Bestandteilen hinzugegeben werden oder wird in Form einer wäßrigen Mischung, vorzugsweise in einer 25 bis 60 Gew.-% wäßrigen Lösung in das Verfahren eingebracht. Der Gehalt der Mittel an per se festem Zusatzstoff beträgt vorteilhafterweise 0,5 bis 8 Gew.-%.

DE 42 03 031 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von festen Wasch- und Reinigungsmitteln oder Komponenten von festen Wasch- und Reinigungsmitteln, welche sich durch ein verbessertes Auflöseverhalten, insbesondere bei niederen Temperaturen, auszeichnen, sowie die Verwendung bestimmter Aniontenside als das Auflöseverhalten verbessernde Zusatzstoffe in festen Wasch- und Reinigungsmitteln.

Feste Wasch- und Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht, d. h. Mittel mit einem Schüttgewicht oberhalb 500 g/l, weisen oft aufgrund ihrer kompaktierten Form und aus der daraus resultierenden geringeren Oberfläche eine geringere Lösegeschwindigkeit, insbesondere bei niederen Temperaturen um 15 bis 60°C, auf als Mittel mit einer vergleichbaren Zusammensetzung, die aber ein Schüttgewicht von beispielsweise nur 300 g/l besitzen.

Aus der internationalen Patentanmeldung WO 91/02 047 ist ein Verfahren zur Herstellung verdichteter Granulate bekannt, die in Wasch- und Reinigungsmitteln eingesetzt werden. Dabei wird ein homogenes Vorgestrangförmig verpreßt. Diese Anmeldung lehrt, daß als Plastifizier- und/oder Gleitmittel Tenside eingesetzt werden können. Dabei ist es möglich, daß die Plastifizier- und/oder Gleitmittel begrenzte Mengen an Hilfsflüssigkeiten enthalten. Zu diesen Hilfsflüssigkeiten zählen auch höher siedende, gegebenenfalls polyethoxylierte Alkohole, bei Raumtemperatur oder mäßig erhöhten Temperaturen fließfähige Polyalkoxylate und dergleichen.

Während die verringerte Lösegeschwindigkeit bei der maschinellen Anwendung der Mittel weniger störend ist, werden diese Mittel bei ihrer manuellen Anwendung, beispielsweise bei der Anwendung im Handwaschbecken, vom Verbraucher im allgemeinen nicht akzeptiert.

Die Aufgabe der Erfindung bestand darin, ein festes Wasch- und Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht oder eine Komponente hierfür herzustellen, das übliche Inhaltsstoffe, einschließlich ethoxylierter Alkohole als nichtionische Tenside, enthält und das bei Temperaturen zwischen 15 und 60°C eine verbesserte Lösegeschwindigkeit aufweist. Eine weitere Aufgabe der Erfindung bestand darin, Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln aufzufinden, die zur Verbesserung des Auflöseverhaltens der festen Wasch- und Reinigungsmittel verwendet werden können.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend in einer ersten Ausführungsform ein Verfahren zur Herstellung von festen Wasch- und Reinigungsmitteln mit hohem Schüttgewicht oder einer Komponente eines festen Wasch- und Reinigungsmittels mit hohem Schüttgewicht durch Zusammenfügen fester und flüssiger Waschmittelrohstoffe unter gleichzeitiger oder anschließender Formgebung und gewünschtenfalls Trocknung, wobei man Aniontenside, Buildersubstanzen und Alkalisierungsmittel und flüssige Niotenside sowie gegebenenfalls Wasser oder wäßrige Lösungen einsetzt, wobei zunächst alle festen Bestandteile miteinander vermischt und anschließend die flüssigen Bestandteile hinzugegeben werden und zur Verbesserung des Auflöseverhaltens ein Zusatzstoff aus der Gruppe der Fettalkylsulfate, Olefinsulfonate, alkylaromatischen Sulfonate und Mischungen aus diesen nach dem Vermischen der festen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wird.

Die geeigneten Zusatzstoffe sind per se fest, können aber in fester oder pastöser bis flüssiger Form, beispielsweise in Form einer wäßrigen Lösung in das Verfahren eingebracht werden. Als geeignete Zusatzstoffe vom Typ der Fettalkylsulfate werden vorzugsweise Alkylsulfate mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen allein oder in Mischungen eingesetzt. Insbesondere ist der Einsatz von C<sub>8</sub>-Alkylsulfat, C<sub>12</sub>-Alkylsulfat, Mischungen aus C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkylsulfaten, C<sub>12</sub>- und C<sub>14</sub>-Alkylsulfaten sowie C<sub>8</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkylsulfaten bevorzugt. Als geeignete Zusatzstoffe vom Typ der Olefinsulfonate werden vorzugsweise Olefinsulfonate mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, insbesondere C<sub>13</sub>- bis C<sub>18</sub>-Olefinsulfonat und mit ganz besonderem Vorteil C<sub>13</sub>-C<sub>17</sub>-Olefinsulfonat eingesetzt. Besonders bevorzugte Zusatzstoffe vom Typ der alkylaromatischen Sulfonate sind Toluolsulfonat und Cumolsulfonat.

Die per se festen Zusatzstoffe werden auf jeden Fall nach dem Vermischen der übrigen festen Bestandteile, d. h. der übrigen per se festen Bestandteile, die in fester Form miteinander vermischt und nicht in flüssiger Form, beispielsweise in Form einer wäßrigen Lösung, eingesetzt werden, in das Verfahren eingebracht. Dabei wird der Zusatzstoff in einer bevorzugten Ausführungsform in fester Form als letzter fester Bestandteil zu den übrigen vermischten festen Bestandteilen hinzugegeben.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Mischung, vorzugsweise in Form einer 25 bis 60 Gew.-%igen und insbesondere in einer 30 bis 45 Gew.-%igen wäßrigen Lösung in das Verfahren eingebracht. Im Fall der Zugabe der per se festen Zusatzstoffe in Form einer wäßrigen Lösung gilt nach wie vor, daß die Lösung, welche den Zusatzstoff enthält, nach dem Vermischen der festen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wird, jedoch ist die Zugabe dieser Lösung dann an keine weitere zeitliche Rangfolge gebunden. So ist es möglich, daß die wäßrige Lösung, welche den Zusatzstoff enthält, vor der Zugabe der übrigen flüssigen Bestandteile, zusammen mit den übrigen flüssigen Bestandteilen oder als letzter Bestandteil insgesamt in das Verfahren eingebracht wird. Dabei wird in einer bevorzugten Ausführungsform der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Lösung vor der Zugabe der übrigen flüssigen Bestandteile in das Verfahren eingebracht. In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Lösung mit den flüssigen Niotensiden bzw. Niotensidgemischen intensiv vermischt und zusammen mit ihnen in das Verfahren eingebracht. Der per se feste Zusatzstoff wird dabei vorzugsweise in den Mengen in das Verfahren eingebracht, daß sein Gehalt 0,5 bis 8 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, beträgt. Mit besonderem Vorteil wird dabei der per se feste Zusatzstoff in den Mengen in das Verfahren eingebracht, daß sein Gehalt 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 4 Gew.-% und insbesondere 1 bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt. Dabei ist es insbesondere bevorzugt, daß der Gehalt an alkylaromatischen Zusatzstoffen nicht oberhalb von 3 Gew.-% liegt.

Zu den flüssigen Bestandteilen des Mittels gehören insbesondere flüssige nichtionische Tenside, welche sich vorzugsweise von ethoxylierten Fettalkoholen mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen und durchschnittlich 1 bis 15 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol und insbesondere von primären Alkoholen mit vorzugsweise 9 bis 18 Kohlenstoff-

atomen und durchschnittlich 1 bis 12 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol ableiten, in denen der Alkoholrest linear oder in 2-Stellung methylverzweigt sein kann, beziehungsweise lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Insbesondere sind jedoch lineare Reste aus Alkoholen nativen Ursprungs mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen bevorzugt, wie zum Beispiel aus Kokos-, Talgfett- oder Oleylalkohol. Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Bevorzugte Alkoholethoxylate weisen eine eingeschränkte Homologenverteilung (narrow range ethoxylates, NRE) auf. Insbesondere sind Alkoholethoxylate bevorzugt, die durchschnittlich 2 bis 8 Ethylenoxidgruppen aufweisen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise  $C_9$ — $C_{11}$ -Oxoalkohol mit 7 EO,  $C_{13}$ — $C_{15}$ -Oxoalkohol mit 3 EO, 5 EO oder 7 EO und insbesondere  $C_{12}$ — $C_{14}$ -Alkohole mit 3 EO oder 4 EO,  $C_{12}$ — $C_{18}$ -Alkohole mit 3 EO, 5 EO oder 7 EO und Mischungen aus diesen, wie Mischungen aus  $C_{12}$ — $C_{14}$ -Alkohol mit 3 EO und  $C_{12}$ — $C_{18}$ -Alkohol mit 5 EO.

Insbesondere ist es bevorzugt, Niotensidgemische in das Verfahren einzubringen, welche die flüssigen Niotenside in inniger Vermischung mit einem Strukturbrecher enthalten. Dabei ist es bevorzugt, daß das Gewichtsverhältnis der flüssigen Niotenside zu dem Strukturbrecher 10 : 1 bis 1 : 2 beträgt.

Als Strukturbrecher eignet sich eine Reihe sowohl fester als auch flüssiger Substanzen, die hydrophil, wasserlöslich oder in Wasser dispergierbar sind. Geeignet sind beispielsweise niedere Polyalkylenglykole, die sich von geradkettigen oder verzweigten Glykolen mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen ableiten, vorzugsweise Polyethylenglykol oder Polypropylenglykol, und eine relative Molekülmasse zwischen 200 und 12 000 aufweisen. Insbesondere sind Polyethylenglykole mit einer relativen Molekülmasse zwischen 200 und 4000 bevorzugt, wobei die flüssigen Polyethylenglykole mit einer relativen Molekülmasse bis 2000 und insbesondere zwischen 200 und 600 besonders vorteilhafte Eigenschaften aufweisen.

Ebenso sind die Sulfate und insbesondere die Disulfate von niederen Polyalkylenglykolen und zwar insbesondere des Polyethylenglykols und des 1,2-Polypropylenglykols geeignet. Besonders bevorzugt sind dabei die Sulfate und/oder Disulfate, die sich von Polyethylenglykolen und Polypropylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse zwischen 600 und 6000 und insbesondere zwischen 1000 und 4000 ableiten. Die Disulfate stammen dabei in der Regel von Polyglykolethern, wie sie — bewirkt durch geringe Wasserspuren — bei der Oxalkylierung von alkoholischen Komponenten entstehen können, ab.

Eine weitere Gruppe der geeigneten Strukturbrecher besteht aus den wasserlöslichen Salzen von Mono- und/oder Disulfosuccinaten der niederen Polyalkylenglykole. Besondere Bedeutung besitzen dabei wiederum die entsprechenden Polyethylenglykol- und Polypropylenglykol-Verbindungen, wobei Sulfosuccinate und Disulfosuccinate von Polyglykolethern mit einer relativen Molekülmasse zwischen 600 und 6000, insbesondere zwischen 1000 und 4000, besonders bevorzugt sind.

Für die Verwendung der anionisch modifizierten Polyalkylenglykole als Strukturbrecher kommen beliebige Salze, vorzugsweise jedoch die Alkalimetallsalze, insbesondere die Natrium- und Kalium-Salze, sowie Ammoniumsalze und/oder Salze von organischen Aminen, beispielsweise von Triethanolamin, in Betracht. Die für die praktische Anwendung wichtigsten Salze sind die Natriumsalze der Sulfate, Disulfate, Sulfosuccinate und Disulfosuccinate von Polyethylenglykol und Polypropylenglykol.

Vorzugsweise werden auch Mischungen der Polyalkylenglykole und ihrer anionisch modifizierten Derivate in einem beliebigen Mischungsverhältnis eingesetzt. Insbesondere ist dabei eine Mischung aus Polyalkylenglykol und den Sulfosuccinaten und/oder Disulfosuccinaten der Polyalkylenglykole bevorzugt. Geeignet ist aber auch eine Mischung aus Polyalkylenglykol und den entsprechenden Sulfaten und/oder Disulfaten und eine Mischung aus Polyalkylenglykol und den entsprechenden Sulfaten und/oder Disulfaten sowie den entsprechenden Sulfosuccinaten und/oder Sulfodisuccinaten.

Weiterhin sind im Sinne dieser Erfindung geeignete und bevorzugt eingesetzte Strukturbrecher die Anlagerungsprodukte von etwa 20 bis etwa 80 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines aliphatischen Alkohols mit im wesentlichen 8 bis 20 Kohlenstoffatomen, die seit langem bekannte Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln darstellen. Besonders wichtig sind die Anlagerungsprodukte von 20 bis 60 Mol und insbesondere von 25 bis 45 Mol Ethylenoxid an primäre Alkohole, wie zum Beispiel Kokosfettalkohol oder Talgfettalkohol, an Oleylalkohol, an Oxoalkohole, oder an sekundäre Alkohole mit 8 bis 18 und vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen. Beispiele für besonders bevorzugte Strukturbrecher aus der Gruppe der hochethoxylierten Alkohole sind Talgfettalkohol mit 30 EO und Talgfettalkohol mit 40 EO. Ebenso ist es bevorzugt, Mischungen einzusetzen, die hochethoxylierte Alkohole enthalten, beispielsweise Mischungen aus Talgfettalkohol mit 40 EO und Wasser oder aus Talgfettalkohol mit 40 EO und Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse zwischen 200 und 2000.

Weitere geeignete Strukturbrecher sind ethoxylierte, vicinale innenständige Alkandiole oder 1,2-Alkandiole mit einer Kohlenstoffkette mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen und 4 bis 15 Mol Ethylenoxid pro Mol Diol. Dabei ist es möglich, daß nur eine der beiden OH-Gruppen oder beide OH-Gruppen des Alkandiols ethoxyliert sind.

Weiterhin sind als Strukturbrecher modifizierte nichtionische Tenside, insbesondere um Fettalkohole, bei denen eine OH-Gruppe in eine Gruppe mit einer Carboxylgruppe umgewandelt wurde. Zu den nichtionischen Tensiden mit endständiger Säuregruppe gehören somit Ester oder Teilester eines nichtionischen Tensids mit einer Polycarbonsäure oder einem Polycarbonsäureanhydrid. Beispiele für säureterminierte nichtionische Tenside sind die bekannten Polyethercarbonsäuren und Ester beziehungsweise Halbestere von  $C_8$ — $C_{18}$ -Alkoholen mit Bernstein-säureanhydrid, Maleinsäureanhydrid, Maleinsäure oder Citronensäure.

Eine weitere Gruppe geeigneter Strukturbrecher besteht aus Alkylenglykolmonoalkylethern der allgemeinen Formel  $RO(CH_2CH_2O)_nH$ , in der R einen Rest mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen und n eine Zahl von 1 bis 8 darstellen. Beispiele für diese Gruppe der Zusatzstoffe sind Ethylenglykolmonoethylether und Diethylenglykolmonobutylether.

Erfindungsgemäß werden die flüssigen Niotenside, insbesondere die ethoxylierten Fettalkohole in inniger Vermischung mit dem Strukturbrecher eingesetzt. Diese innige Vermischung wird dadurch erreicht, daß man entweder eine homogene Lösung oder eine Dispersion aus den erfindungsgemäß eingesetzten flüssigen Niotensiden und den hydrophilen, wasserlöslichen beziehungsweise in Wasser dispergierbaren Strukturbrechern herstellt. Die Strukturbrecher bewirken bereits in sehr geringen Mengen, bezogen auf die Summe aus flüssigem Niotensid und Strukturbrecher, eine weitere Verbesserung des Auflösungsverhaltens der fertigen Mittel. Vorzugsweise werden sie in einem Gewichtsverhältnis flüssiges Niotensid:Strukturbrecher von 8 : 1 bis 1 : 2 eingesetzt.

Zusätzlich können als nichtionische Tenside auch Alkylglykoside in der allgemeinen Formel  $R-O-(G)_x$ , in der R einen primären geradkettigen oder in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen bedeutet, G ein Symbol ist, das für eine Glykose-Einheit mit 5 oder 6 C-Atomen steht, und der Oligomerisierungsgrad x zwischen 1 und 10, vorzugsweise zwischen 1 und 2 liegt und insbesondere deutlich kleiner als 1,4 ist, beispielsweise in Mengen von 1 bis 10 Gew.-%, in flüssiger bis pastöser Form oder vermisch mit den flüssigen ethoxylierten Alkoholen eingesetzt werden.

Der Gehalt der Mittel an erfindungsgemäß als nichtionischen Tenside eingesetzten ethoxylierten Alkoholen beträgt vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-% und insbesondere 2 bis 10 Gew.-%. Der Gehalt der Mittel an den erfindungsgemäß eingesetzten Strukturbrechern ergibt sich daraus zwangsläufig. Vorzugsweise enthalten die Mittel bis zu 5 Gew.-%, insbesondere 1 bis 3 Gew.-%, an Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse zwischen 200 und 1500.

Die Aniontenside werden vorzugsweise in fester Form, beispielsweise in sprühtrockneter oder granulierter Form, und nicht in Form einer pastösen bis flüssigen Mischung in das Verfahren eingebracht. Sie zählen somit zu den festen Bestandteilen der Mittel, welche in der ersten Verfahrensstufe miteinander vermischt werden. Dabei ist es insbesondere bevorzugt, daß die Aniontenside als erster Bestandteil in der ersten Verfahrensstufe vorgelegt werden und die übrigen festen Bestandteile hinzugegeben werden.

Als anionische Tenside eignen sich dabei beispielsweise solche vom Typ der Sulfonate und Sulfate. Als Tenside vom Sulfonatyp kommen Alkylbenzolsulfonate ( $C_9-C_{15}$ -Alkyl), Olefinsulfonate, d. h. Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonaten sowie Disulfonaten, wie man sie beispielsweise aus  $C_{12}-C_{18}$ -Monoolefinen mit end- und innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigen Schwefeltrioxid und anschließende alkalische oder saure Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält, in Betracht. Geeignet sind auch Dialkylsulfonate, die aus  $C_{12}-C_{18}$ -Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxidation und anschließende Hydrolyse beziehungsweise Neutralisation beziehungsweise durch Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind, sowie insbesondere die Ester von  $\alpha$ -Sulfosäuren (Estersulfonate), zum Beispiel die  $\alpha$ -sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren.

Geeignete Tenside vom Sulfatyp sind die Schwefelsäuremonoester aus primären Alkoholen natürlichen und synthetischen Ursprungs, das heißt aus Fettalkoholen, zum Beispiel Kokosfettalkoholen, Talgfettalkoholen, Oleylalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Palmityl- oder Stearylalkohol, oder den  $C_{10}-C_{20}$ -Oxoalkoholen, und diejenigen sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge. Auch die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten Alkohole, wie 2-Methyl-verzweigte  $C_9-C_{11}$ -Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid sind geeignet. Ebenso eignen sich sulfatierte Fettsäuremonoglyceride.

Ferner sind zum Beispiel Seifen aus natürlichen oder synthetischen, vorzugsweise gesättigten Fettsäuren brauchbar. Geeignet sind insbesondere aus natürlichen Fettsäuren, zum Beispiel Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleitete Seifengemische. Bevorzugt sind solche, die zu 50 bis 100% aus gesättigten  $C_{12}-C_{18}$ -Fettsäureseifen und zu 0 bis 50% aus Ölsäureseifen zusammengesetzt sind.

Die genannten Fettalkylsulfate und Olefinsulfonate gehören damit sowohl zu den Aniontensiden als auch zu den Zusatzstoffen. Im Rahmen dieser Erfindung werden die Fettalkylsulfate und Olefinsulfate nur dann zu den per se festen Zusatzstoffen gezählt, wenn sie erfindungsgemäß in der zeitlichen Rangfolge nach dem Vermischen der übrigen festen Bestandteile in das Verfahren eingebracht werden. Folgt hingegen nach der Zugabe der Fettalkylsulfate und der Olefinsulfonate noch die Zugabe eines weiteren per se festen Bestandteils in fester Form, so zählen die Fettalkylsulfate und Olefinsulfonate im Rahmen dieser Erfindung zu den als übrige feste Bestandteile in der ersten Verfahrensstufe vorgelegten Aniontensiden. Die Verbesserung des Auflösungsverhaltens wird durch die Fettalkylsulfate und Olefinsulfonate ebenso wie durch die alkylaromatischen Sulfonate nur dann erreicht, wenn sie als Zusatzstoffe in das Verfahren eingebracht werden.

Die anionischen Tenside und die aniontensidischen Zusatzstoffe können in Form ihrer Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze sowie als lösliche Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin vorliegen. Der Gehalt erfindungsgemäßer Waschmittel an anionischen Tensiden und aniontensidischen Zusatzstoffen beträgt vorzugsweise 5 bis 40, insbesondere 8 bis 35 Gew.-%. Dabei ist es besonders vorteilhaft, wenn der Gehalt der Mittel an Sulfonaten und/oder Sulfaten 10 bis 35 Gew.-%, insbesondere 15 bis 30 Gew.-%, und der Gehalt an Seife bis zu 8 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 5 Gew.-%, beträgt.

Die Tenside werden vorzugsweise in den Mengen in das Verfahren eingebracht, daß die Summe aus Tensiden und Zusatzstoff 15 bis 50 Gew.-% und insbesondere 20 bis 45 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt. Das Gewichtsverhältnis der Summe aus Aniontensiden und aniontensidischem Zusatzstoff : nichtionischem Tensid beträgt dabei vorzugsweise mindestens 1 : 1 und insbesondere 2 : 1 bis 10 : 1.

Als weitere feste Bestandteile werden vor der Zugabe des Zusatzstoffes vorzugsweise Buildersubstanzen, Alkalisierungsmittel sowie — falls vorhanden — Bleichmittel in das Verfahren eingebracht.

Als organische und anorganische Gerüstsubstanzen eignen sich schwach sauer, neutral oder alkalisch reagierende lösliche und/oder unlösliche Komponenten, die Calciumionen auszufällen oder komplex zu binden vermögen. Geeignete und insbesondere ökologisch unbedenkliche Buildersubstanzen, wie feinkristalline, synthetische wasserhaltige Zeolithe vom Typ NaA, die ein Calciumbindevermögen im Bereich von etwa 100 bis 200 mg CaO/g aufweisen, finden eine bevorzugte Verwendung. Ihre mittlere Teilchengröße liegt üblicherweise im



Bereich von 1 bis 10  $\mu\text{m}$  (Meßmethode: Coulter Counter, Volumenverteilung). Der Gehalt der Mittel an Zeolith beträgt im allgemeinen bis 50 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 10 Gew.-% und insbesondere 18 bis 40 Gew.-%, bezogen auf wasserfreie Substanz.

Als weitere Builderbestandteile, die insbesondere zusammen mit den Zeolithen eingesetzt werden können, kommen (co-)polymere Polycarboxylate in Betracht, wie Polyacrylate, Polymethacrylate und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche aus 50% bis 10% Maleinsäure. Die relative Molekülmasse der Homopolymeren liegt im allgemeinen zwischen 1000 und 100 000, die der Copolymeren zwischen 2000 und 200 000, vorzugsweise 50 000 bis 120 000, bezogen auf freie Säure. Ein besonders bevorzugtes Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer weist eine relative Molekülmasse von 50 000 bis 100 000 auf. Geeignete, wenn auch weniger bevorzugte Verbindungen dieser Klasse sind Copolymere der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit Vinylethern, wie Vinylmethylethern, in denen der Anteil der Säure mindestens 50% beträgt. Brauchbar sind ferner Polyacetalcarbonsäuren, wie sie beispielsweise in den US-Patentschriften 41 44 226 und 41 46 495 beschrieben sind, sowie polymere Säuren, die durch Polymerisation von Acrolein und anschließende Disproportionierung mittels Alkalien erhalten werden und aus Acrylsäureeinheiten und Vinylalkoholeinheiten beziehungsweise Acroleineinheiten aufgebaut sind. Der Gehalt der Mittel an (co-)polymeren Polycarboxylaten beträgt vorzugsweise bis zu 10 Gew.-% und insbesondere 2 bis 8 Gew.-%.

Brauchbare organische Gerüstsubstanzen sind beispielsweise die bevorzugt in Form ihrer Natriumsalze eingesetzten Polycarbonsäuren, wie Citronensäure und Nitritotriacetat (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist.

Weitere geeignete feste Bestandteile der Mittel sind wasserlösliche anorganische Alkalisierungsmittel wie Bicarbonate, Carbonate oder Silikate; insbesondere werden Alkalicarbonat und Alkalisilikat, vor allem Natriumsilikat mit einem molaren Verhältnis  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$  von 1 : 1 bis 1 : 4,0, eingesetzt. Der Gehalt der Mittel an Natriumcarbonat beträgt dabei vorzugsweise bis zu 20 Gew.-%, vorteilhafterweise zwischen 5 und 15 Gew.-%. Der Gehalt der Mittel an Natriumsilikat beträgt im allgemeinen bis zu 10 Gew.-% und vorzugsweise zwischen 2 und 8 Gew.-%.

Unter den als Bleichmittel dienenden, in Wasser  $\text{H}_2\text{O}_2$  liefernden Verbindungen haben das Natriumperborat-tetrahydrat ( $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ) und das Natriumperborat-monohydrat ( $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$ ) besondere Bedeutung. Weitere brauchbare Bleichmittel sind beispielsweise Peroxycarbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1,5 \text{H}_2\text{O}_2$ ), Peroxypyrophosphate, Citratperhydrate sowie  $\text{H}_2\text{O}_2$  liefernde persaure Salze oder Persäuren, wie Perbenzoate, Peroxaphthalate, Diperazelaissäure oder Diperdodecandisäure. Der Gehalt der Mittel an Bleichmitteln beträgt vorzugsweise 5 bis 25 Gew.-% und insbesondere 10 bis 20 Gew.-%, wobei vorteilhafterweise Perboratmonohydrat eingesetzt wird.

Weitere sonstige Bestandteile, die in fester Form eingesetzt werden können, sind beispielsweise Bleichaktivatoren, Vergrauungsinhibitoren, Schauminhibitoren, optische Aufheller, Enzyme, Stabilisatoren für Enzyme und Bleichmittel, textilweichmachende Stoffe sowie Neutralsalze.

Um beim Waschen bei Temperaturen von 60°C und darunter eine verbesserte Bleichwirkung zu erreichen, können Bleichaktivatoren in die Präparate eingearbeitet werden. Beispiele hierfür sind mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  organische Persäuren bildende N-Acyl- beziehungsweise O-Acyl-Verbindungen, vorzugsweise N,N'-tetraacylierte Diamine, wie N,N,N',N'-Tetraacetyl-ethyldiamin, ferner Carbonsäureanhydride und Ester von Polyolen wie Glucosepentaacetat. Der Gehalt der bleichmittelhaltigen Mittel an Bleichaktivator liegt in dem üblichen Bereich, vorzugsweise zwischen 1 und 10 Gew.-% und insbesondere zwischen 3 und 8 Gew.-%.

Vergrauungsinhibitoren haben die Aufgabe, den von der Faser abgelösten Schmutz in der Flotte suspendiert zu halten und so das Vergrauen zu verhindern. Hierzu sind wasserlösliche Kolloide meist organischer Natur geeignet, wie beispielsweise die wasserlöslichen Salze polymerer Carbonsäuren, Leim, Gelatine, Salze von Ethercarbonsäuren oder Ethersulfonsäuren der Stärke oder der Cellulose oder Salze von sauren Schwefelsäureestern der Cellulose oder der Stärke. Auch wasserlösliche, saure Gruppen enthaltende Polyamide sind für diesen Zweck geeignet. Weiterhin lassen sich lösliche Stärkepräparate und andere als die oben genannten Stärkeprodukte verwenden, zum Beispiel abgebaute Stärke, Aldehydstärken usw. Auch Polyvinylpyrrolidon ist brauchbar. Vorzugsweise werden Carboxymethylcellulose (Na-Salz), Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose und deren Gemische sowie Polyvinylpyrrolidon, insbesondere in Mengen von 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, eingesetzt.

Das Schäumvermögen der Tenside läßt sich durch Kombination geeigneter Tensidtypen steigern oder verringern; eine Verringerung läßt sich ebenfalls durch Zusätze nichttensidartiger organischer Substanzen erreichen. Ein verringertes Schäumvermögen, das beim Arbeiten in Maschinen erwünscht ist, erreicht man vielfach durch Kombination verschiedener Tensidtypen, zum Beispiel von Sulfaten und/oder Sulfonaten mit nichtionischen Tensiden und/oder mit Seifen. Bei Seifen steigt die schaumdämpfende Wirkung mit dem Sättigungsgrad und der C-Zahl des Fettsäureesters an. Als schaumminibierende Seifen eignen sich daher solche Seifen natürlicher und synthetischer Herkunft, die einen hohen Anteil an  $\text{C}_{18}$ – $\text{C}_{24}$ -Fettsäuren aufweisen. Geeignete nichttensidartige Schauminhibitoren sind Organopolysiloxane und deren Gemische mit mikrofeiner, gegebenenfalls silanierter Kieselsäure, Paraffine, Wachse, Mikrokristallinwachse und deren Gemische mit silanierter Kieselsäure. Auch von  $\text{C}_{12}$ – $\text{C}_{20}$ -Alkylaminen und  $\text{C}_2$ – $\text{C}_6$ -Dicarbonsäuren abgeleitete Bisacylamide sind brauchbar. Mit Vorteil werden auch Gemische verschiedener Schauminhibitoren verwendet, zum Beispiel solche aus Silikonen und Paraffinen oder Wachsen. Vorzugsweise sind die Schauminhibitoren an eine granulare, in Wasser lösliche beziehungsweise dispergierbare Trägersubstanz gebunden oder werden dem Plastifizier- und/oder Gleitmittel zugemischt.

Die Waschmittel können als optische Aufheller Derivate der Diaminostilbendisulfonsäure beziehungsweise deren Alkalimetallsalze enthalten. Geeignet sind zum Beispiel Salze der 4,4'-Bis(2-anilino-4-morpholino-1,3,5-triazin-6-yl-amino)-stilben-2,2'-disulfonsäure oder gleichartig aufgebaute Verbindungen, die anstelle der

Morpholinogruppe eine Diethanolaminogruppe, eine Methylaminogruppe, eine Anilinogruppe oder eine 2-Methoxyethylaminogruppe tragen. Weiterhin können Aufheller vom Typ des substituierten 4,4'-Distyryl-di-phenyls anwesend sein; zum Beispiel die Verbindung 4,4'-Bis(4-chlor-3-sulfo-2-styryl)-diphenyl. Auch Gemische der vorgenannten Aufheller können verwendet werden.

5 Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden einheitlich weiße Granulate erhalten, wenn die Mittel außer den üblichen optischen Aufhellern in üblichen Mengen, beispielsweise zwischen 0,1 und 0,5, vorzugsweise um 0,1 bis 0,3 Gew.-%, auch geringe Mengen, beispielsweise  $10^{-6}$  bis  $10^{-3}$  Gew.-%, vorzugsweise um  $10^{-5}$  Gew.-%, eines blauen Farbstoffs enthält. Ein besonders bevorzugter Farbstoff ist Tinolux® (Produktname der Ciba-Geigy).

10 Als Enzyme kommen solche aus der Klasse der Proteasen, Lipasen und Amylasen beziehungsweise deren Gemische in Frage. Besonders gut geeignet sind aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie *Bacillus subtilis*, *Bacillus licheniformis* und *Streptomyces griseus* gewonnene enzymatische Wirkstoffe. Vorzugsweise werden Proteasen vom Subtilisin-Typ und insbesondere Proteasen, die aus *Bacillus lentus* gewonnen werden, eingesetzt. Die Enzyme können an Trägerstoffen adsorbiert und/oder in Hüllensubstanzen eingebettet sein, um sie gegen vorzeitige Zersetzung zu schützen.

15 Als Stabilisatoren insbesondere für Perverbindungen und Enzyme kommen die Salze von Polyphosphonsäuren, insbesondere 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure (HEDP) in Betracht.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden nach dem Vermischen der festen Bestandteile und im Anschluß an die Zugabe des Zusatzstoffes und der flüssigen Niotenside bzw. der flüssigen Mischungen, welche die Niotenside enthalten, eine oder mehrere wäßrige Lösungen weiterer, per se fester Bestandteile in das Verfahren eingebracht. So ist es zum Beispiel möglich, daß beispielsweise die bereits genannten (co-)polymeren Polycarboxylate und/oder die Alkalisilikate wahlweise als feste Bestandteile in fester Form oder teilweise oder ganz in flüssiger Form als wäßrige Lösung eingesetzt werden. Die bereits obengenannten Mengen, in denen diese Bestandteile in den Mitteln enthalten sein können, beziehen sich dabei auf die Gesamtmenge der in fester und/oder flüssiger Form eingesetzten per se festen Bestandteile. Insbesondere ist es bevorzugt, daß mindestens eine wäßrige Lösung eines homo- oder copolymeren Polycarboxylats, beispielsweise eine 30 bis 55 Gew.-%ige wäßrige Lösung, im Anschluß an die Zugabe der flüssigen Niotenside oder der flüssigen Mischungen, welche die Niotenside enthalten, in das Verfahren eingebracht wird.

Das Zusammenfügen der festen und flüssigen Waschmittelrohstoffe unter gleichzeitiger oder anschließender Formgebung und gewünschtenfalls Trocknung kann nach allen bekannten Verfahren, bei denen Wasch- und Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht, d. h. mit einem Schüttgewicht oberhalb 500 g/l, vorzugsweise oberhalb 600 g/l und insbesondere zwischen 700 und 1000 g/l, hergestellt werden, durchgeführt werden. Beispiele für derartige bekannte und bevorzugte Verfahren sind Granulativverfahren, in denen entweder die festen Inhaltsstoffe eines Wasch- und Reinigungsmittels oder ein sprühgetrocknetes Wasch- und Reinigungsmittel oder eine Mischung aus sprühgetrockneten und nicht sprühgetrockneten Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln, gegebenenfalls einschließlich des Zusatzstoffes, in einem schnelllaufenden Mischer kompaktiert und gleichzeitig in diesem Mischer oder im Anschluß daran in einer weiteren Vorrichtung, beispielsweise in einer Wirbelschicht, mit den flüssigen Bestandteilen, gegebenenfalls einschließlich der wäßrigen Lösung eines Zusatzstoffes, vermischt beziehungsweise beaufschlagt wird.

40 Insbesondere ist jedoch ein Verfahren bevorzugt, das ausführlich in der internationalen Patentanmeldung WO 91/02 047 beschrieben wird. Dabei wird ein festes homogenes Vorgemisch unter Zusatz eines Plastifizier- und/oder Gleitmittels über Lochformen mit Öffnungsweiten der vorbestimmten Granulatdimension bei hohen Drücken zwischen 25 und 200 bar strangförmig verpreßt. Der Strang wird direkt nach dem Austritt aus der Lochform mittels einer Schneidvorrichtung auf die vorbestimmte Granulatdimension zugeschnitten. Die Anwendung des hohen Arbeitsdrucks bewirkt die Plastifizierung des Vorgemisches bei der Granulatbildung und stellt die Schneidfähigkeit der frisch extrudierten Stränge sicher. Das Vorgemisch besteht anteilsweise aus festen, vorzugsweise feinteiligen üblichen Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln, denen die flüssigen Bestandteile erfindungsgemäß zugemischt sind. Die festen Inhaltsstoffe können durch Sprühtrocknung gewonnene Turmpulver, aber auch Agglomerate, die jeweils gewählten Mischungsbestandteile als reine Stoffe, die im feinteiligen Zustand miteinander vermischt werden, sowie Mischungen aus diesen sein. Im Anschluß daran werden die flüssigen Inhaltsstoffe einschließlich des ausgewählten Plastifizier- und/oder Gleitmittels eingemischt. Als Plastifizier- und/oder Gleitmittel werden wässrige Lösungen von polymeren Polycarboxylaten sowie nichtionische Tenside bevorzugt. Zur ausführlichen Beschreibung der geeigneten Inhaltsstoffe des Vorgemisches und der geeigneten Plastifizier- und/oder Gleitmittel wird auf die Offenbarung der internationalen Patentanmeldung WO 91/02 047 verwiesen.

55 Vorzugsweise werden dabei die flüssigen Niotenside bei der Herstellung von Wasch- und Reinigungsmitteln durch Extrusion unter hohem Druck in inniger Vermischung mit Strukturbrechern eingesetzt, wobei das Gewichtsverhältnis flüssiges Niotensid : Strukturbrecher in den Mischungen 5 : 1 bis 1 : 2 und insbesondere 10 : 3 bis 2 : 3 beträgt.

60 Als Homogenisiervorrichtung können bevorzugt Knetzer beliebiger Ausgestaltung, beispielsweise 2-Schnecken-Knetzer gewählt werden. Der intensive Mischungsvorgang kann dabei bereits aus sich heraus zu einer gewünschten Temperatursteigerung führen. Dabei werden mäßig erhöhte Temperaturen von beispielsweise 60 bis 70°C in der Regel nicht überschritten. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das Vorgemisch vorzugsweise kontinuierlich einem 2-Schnecken-Knetzer (Extruder) zugeführt, dessen Gehäuse und dessen Extruder-Granulierkopf auf die vorbestimmte Extrudiertemperatur temperiert, beispielsweise auf 40 bis 60°C aufgeheizt sind. Unter der Schereinwirkung der Extruder-Schnecken wird das Vorgemisch bei Drücken von 25 bis 200 bar, vorzugsweise oberhalb 30 bar und insbesondere bei Drücken von 50 bis 180 bar verdichtet, plastifiziert, in Form feiner Stränge durch die Lochdüsenplatte im Extruderkopf extrudiert und schließlich das Extrudat mittels eines

rotierenden Abschlagmessers vorzugsweise zu kugelförmigen bis zylindrischen Granulatkörnern verkleinert. Der Lochdurchmesser in der Lochdüsenplatte und die Strangsnittlänge werden dabei auf die gewählte Granulatdimension abgestimmt. In dieser Ausführungsform gelingt die Herstellung von Granulaten einer im wesentlichen gleichmäßig vorbestimmbaren Teilchengröße, wobei im einzelnen die absoluten Teilchengrößen dem beabsichtigten Einsatzzweck angepaßt sein können. Im allgemeinen werden Teilchendurchmesser bis höchstens 0,8 cm bevorzugt. Wichtige Ausführungsformen sehen hier die Herstellung von einheitlichen Granulaten mit Durchmessern im Millimeterbereich, beispielsweise im Bereich von 0,5 bis 5 mm und insbesondere im Bereich von etwa 0,8 bis 3 mm vor. Das Länge/Durchmesser-Verhältnis des abgeschlagenen primären Granulats liegt dabei in einer wichtigen Ausführungsform im Bereich von etwa 1:1 bis etwa 3:1. Weiterhin ist es bevorzugt, das noch plastische, feuchte Primärgranulat einem weiteren formgebenden Verarbeitungsschritt zuzuführen; dabei werden am Rohgranulat vorliegende Kanten abgerundet, so daß letztlich kugelförmige oder wenigstens annähernd kugelförmige Granulatkörner erhalten werden können. Falls gewünscht oder erforderlich, können in dieser Stufe geringe Mengen an Trockenpulver, beispielsweise Zeolithpulver wie Zeolith NaA-Pulver, mitverwendet werden. Diese Formgebung kann in marktgängigen Rondiergeräten, beispielsweise in Rondiergeräten mit rotierender Bodenscheibe, erfolgen. Vorzugsweise werden die Granulate dann einem Trocknungsschritt, beispielsweise einem Wirbelschichttrockner, zugeführt. Überraschenderweise wurde nun festgestellt, daß extrudierte Granulate, welche Peroxyverbindungen als Bleichmittel, beispielsweise Perborat-Monohydrat, enthalten, bei Zulufttemperaturen bis 150°C ohne einen wesentlichen Verlust an Aktivsauerstoff getrocknet werden können. Der Gehalt der getrockneten Granulate an freiem Wasser beträgt vorzugsweise bis etwa 3 Gew.-%, insbesondere zwischen 0,1 bis 1 Gew.-%. Wahlweise ist es auch möglich, den Trocknungsschritt im direkten Anschluß an die Extrusion des Primärgranulats und damit zeitlich vor einer gewünschtenfalls vorgenommenen abschließenden Formgebung in einem Rondiergerät durchzuführen.

Zur Erreichung eines erhöhten Schüttgewichts ist es von Vorteil, die getrockneten Granulate gegebenenfalls noch einmal mit feinteiligen Trockenpulvern abzapudern. Beispiele für derartige Trockenpulver sind wieder Zeolith-NaA-Pulver, aber auch gefällte oder pyrogene Kieselsäure, wie sie beispielsweise als Aerosil® oder Siperna® (Produkte der Firma Degussa) im Handel erhältlich sind. Bevorzugt sind hierbei auch hochkonzentrierte, mindestens 90gew.-%ige Fettalkoholsulfat-Pulver, die im wesentlichen, das heißt zu mindestens 90% aus Teilchen mit einer Teilchengröße kleiner als 100 µm bestehen. Insbesondere sind Mischungen aus Zeolith und Fettalkoholsulfat-Pulver bevorzugt.

Die Wasch- und Reinigungsmittel können einheitlich aus Extrudaten hergestellt werden, welche die oben genannten Inhaltsstoffe aufweisen. Die fertigen Mittel können jedoch auch aus einem Gemisch mehrerer verschiedener Granulate erhalten werden, von denen beispielsweise die erfindungsgemäßen Extrudate den Hauptbestandteil bilden. So können beispielsweise der Bleichaktivator, die Enzyme sowie Farb- und Duftstoffe nachträglich zu den Extrudaten zugemischt werden. Dabei ist es bevorzugt, den Bleichaktivator und die Enzyme jeweils in kompakterter granularer Form, beispielsweise als jeweils separat hergestellte Extrudate, die Mittels eines Kneters der oben beschriebenen Ausgestaltung oder über eine Pellet-Pressen erhalten werden, einzusetzen.

Gegenstand der Erfindung ist in einer weiteren Ausführungsform die Verwendung eines Zusatzstoffes aus der Gruppe der Fettalkylsulfate und Olefinsulfonate zur Verbesserung des Auflösungsverhaltens von festen Wasch- und Reinigungsmitteln. Dabei ist es bevorzugt, daß Alkylsulfate mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen allein oder in Mischungen, vorzugsweise C<sub>8</sub>-Alkylsulfat, C<sub>12</sub>-Alkylsulfat, Mischungen aus C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkylsulfaten, C<sub>12</sub>- und C<sub>14</sub>-Alkylsulfaten sowie C<sub>8</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkylsulfaten, als das Auflösungsverhalten verbessernde Zusatzstoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln verwendet werden. Weiterhin ist es bevorzugt, daß Olefinsulfonate mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise C<sub>13</sub>-C<sub>18</sub>-Olefinsulfonat und insbesondere C<sub>13</sub>-C<sub>17</sub>-Olefinsulfonat als das Auflösungsverhalten verbessernde Zusatzstoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln verwendet werden. Dabei wird der per se feste Zusatzstoff vorzugsweise in solchen Mengen verwendet, daß sein Gehalt 0,5 bis 8 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, beträgt. Vorteilhafterweise wird der per se feste Zusatzstoff jedoch in geringeren Mengen verwendet, so daß sein Gehalt 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 4 Gew.-% und insbesondere 1 bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt.

#### Beispiele

##### Beispiel 1

In einem Chargenmischer, der mit einem Messerkopf-Zerkleinerer (Zerhacker) ausgerüstet war, wurde ein festes Vorgemisch aus C<sub>9</sub>-C<sub>13</sub>-Alkylbenzolsulfonat-Natriumsalz (90 Gew.-% Aktivsubstanz), C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver (91 Gew.-% Aktivsubstanz), C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Natriumfettsäureseife, Wessalith P® (Zeolith NaA; Handelsprodukt der Firma Degussa, Bundesrepublik Deutschland), wasserfreies Natriumcarbonat, Sokalan CP5®-Pulver (Copolymer aus Acrylsäure und Maleinsäure; Handelsprodukt der Firma BASF, Bundesrepublik Deutschland), Schauminhibitorkonzentrat, enthaltend 15 Gew.-% Silikonöl, 33 Gew.-% Natriumsulfat, 35 Gew.-% Natriumcarbonat und 10 Gew.-% Wasserglas als anorganische Träger, C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO, Natriumperborat-Monohydrat, 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäuretetranatriumsalz (HEDP) und (als fester Zusatzstoff) Texapon® K12 (Natriumlaurylsulfat; 90% Aktivsubstanz, Handelsprodukt des Anmelders) vorgelegt.

Bei laufenden Mischwerkzeugen wurde dieses Gemisch mit einer Mischung aus Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse von 400, C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkohol mit 3 EO und C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO (Verhältnis 1:4) und Talgalkohol mit 40 EO versetzt.

Anschließend wurde eine 30gew.-%ige wäßrige Sokalan CP-5-Lösung zudosiert. (82 Gew.-% der Gesamtmenge an Sokalan CP 5 wurden als Pulver und 18 Gew.-% in Form einer Lösung eingesetzt.) Die Gesamtmenge

der Mischung betrug 5000 g.

Die Mischung wurde 2 Minuten homogenisiert und im Anschluß daran einem 2-Schnecken-Extruder zugeführt, dessen Gehäuse einschließlich des Extruder-Granulierkopfes auf 45°C temperiert war.

Unter der Schereinwirkung der Extruderschnecken wurde das Vorgemisch plastifiziert und anschließend bei einem Druck von 120 bar durch die Extruder-Lochdüsenplatten zu feinen Strängen mit einem Durchmesser von 1,2 mm extrudiert, welche nach dem Düsenaustritt mittels eines Abschlagmessers zu angenähert kugelförmigen Granulaten zerkleinert wurden (Länge/Durchmesser-Verhältnis etwa 1, Heißabschlag). Das anfallende Produkt wurde etwa 1 Minute in einem handelsüblichen Rondiergerät vom Typ Marumerizer unter Zugabe geringer Mengen Zeolith NaA verrundet und anschließend bei einer Zulufttemperatur von 70°C im Wirbelschichttrockner bis zum Erreichen einer Ablufttemperatur von 53°C getrocknet.

Das staubarme Produkt wurde durch ein Sieb mit der Maschenweite 1,6 mm abgesiebt. Der Anteil oberhalb 1,6 mm lag unter 3%. Das erhaltene Produkt besaß ein Schüttgewicht von 887 g/l.

Das extrudierte und getrocknete Granulat besaß folgende Zusammensetzung:

- 12,88 Gew.-% C<sub>9</sub>—C<sub>13</sub>-Alkylbenzolsulfonat
  - 6,63 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver
  - 0,96 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettsäureseife
  - 2,23 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>14</sub>-Fettalkohol mit 3 EO und C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO im Verhältnis 1 : 4
  - 0,50 Gew.-% C<sub>16</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 5 EO
  - 2,01 Gew.-% Zusatzstoff: Natriumlaurylsulfat
  - 19,25 Gew.-% Zeolith NaA (bezogen auf wasserfreie Aktivsubstanz)
  - 13,64 Gew.-% Natriumcarbonat, wasserfrei
  - 6,07 Gew.-% Sokalan CP5®
  - 17,17 Gew.-% Natriumperborat-Monohydrat
  - 1,00 Gew.-% Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse von 400
  - 1,00 Gew.-% C<sub>16</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkohol mit 40 EO
- Rest Wasser, Restbestandteile, beispielsweise Schauminhibitorkonzentrat und HEDP

Die Lösegeschwindigkeit der Granulate wurde nach der Methode der Leitfähigkeitsmessung bestimmt:

In ein 1-Liter-Glasgefäß wurden 500 g demineralisiertes Wasser (20°C) eingefüllt, der Propellerrührer mit einer Drehzahl von 900 Umdrehungen pro Minute eingeschaltet und die Leitfähigkeitsmeßzelle eingetaucht. Danach wurden 5 g des Waschmittelgranulats zugegeben. Die Änderung der Leitfähigkeit wurde über einen Schreiber festgehalten. Die Messung erfolgte so lange, bis kein Anstieg der Leitfähigkeit mehr feststellbar war. Die Zeit bis zum Erreichen der Leitfähigkeitskonstanz ist die Lösezeit des gesamten Granulats (100%). Die Lösezeit bei 90%iger Auflösung wurde rechnerisch ermittelt.

Die Lösezeit des erfindungsgemäßen Granulats betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 2,54 Minuten und nach einer Lagerzeit von 3 Wochen bei 25°C 2,03 Minuten.

#### Beispiel 2

Es wurde ein Vorgemisch analoger Zusammensetzung wie im Beispiel 1 hergestellt, jedoch mit 7,63 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver und 1 Gew.-% Zusatzstoff Natriumoctylsulfat, welcher als 42gew.-%ige wäßrige Lösung (Texapon® 842, Handelsprodukt des Anmelders) in inniger Vermischung mit dem Gemisch aus flüssigem Niotensid, Talgalkohol mit 40 EO und Polyethylenglykol in das Verfahren eingebracht wurde.

Die weitere Verarbeitung erfolgte wie im Beispiel 1.

Das Schüttgewicht betrug 892 g/l. Die Lösezeit der Granulate G2 betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 2,32 Minuten.

#### Beispiel 3

Es wurde ein Gemisch analoger Zusammensetzung wie im Beispiel 1 hergestellt, jedoch mit 7,63 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver und 1 Gew.-% Zusatzstoff C<sub>12</sub>—C<sub>14</sub>-Alkylsulfat, welcher als 35gew.-%ige wäßrige Lösung (Texapon® LS 35, Handelsprodukt des Anmelders) nach der Vermischung der festen Bestandteile und vor der Zugabe der weiteren flüssigen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wurde.

Die weitere Verarbeitung erfolgt wie im Beispiel 1.

Das Schüttgewicht betrug 894 g/l. Die Lösezeit der Granulate G3 betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 2,39 Minuten.

#### Beispiel 4

Es wurde ein Vorgemisch analoger Zusammensetzung wie im Beispiel 1 hergestellt, jedoch mit 6,85 Gew.-% C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver und 1,78 Gew.-% Zusatzstoff C<sub>8</sub>—C<sub>16</sub>-Alkylsulfat, welcher als 31 Gew.-%ige wäßrige Lösung (Sulfofon® 102, Handelsprodukt des Anmelders) nach der Vermischung der festen Bestandteile und vor der Zugabe der weiteren flüssigen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wurde.

Die weitere Verarbeitung erfolgte wie im Beispiel 1.

Das Schüttgewicht betrug 862 g/l. Die Lösezeit der Granulate G4 betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 2,50 Minuten und nach einer Lagerzeit von 3 Wochen bei 25°C 2,38 Minuten.

# DE 42 03 031 A1

## Beispiel 5

Es wurde ein Vorgemisch analoger Zusammensetzung wie im Beispiel 1 hergestellt, jedoch mit 4,87 Gew.-% C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver und 3,76 Gew.-% Zusatzstoff C<sub>13</sub>-C<sub>17</sub>-Olefin sulfonat, eingesetzt als Hostapur® OSB (Handelsprodukt der Hoechst AG, Bundesrepublik Deutschland, 90% Aktivsubstanz), welcher als letzter fester Bestandteil vor der Zugabe der flüssigen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wurde.

Die weitere Verarbeitung erfolgte wie im Beispiel 1.

Das Schüttgewicht betrug 872 g/l. Die Löszeit der Granulate G5 betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 2,56 Minuten und nach einer Lagerzeit von 3 Wochen bei 25°C 2,35 Minuten.

## Vergleichsbeispiel

Es wurde ein Vorgemisch analoger Zusammensetzung wie in Beispiel 1 hergestellt, jedoch mit 8,64 Gew.-% C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkylsulfat-Pulver und ohne Zusatzstoff.

Das Vorgemisch wurde wie im Beispiel 1 extrudiert, geschnitten, verrundet, getrocknet und gesiebt. Das Schüttgewicht betrug 903,5 g/l. Die Löszeit der Granulate V betrug bei 20°C und 90%iger Auflösung am Tag der Herstellung 3,43 Minuten.

## Tabelle

Lösezeiten der Granulate G1 bis G5 und V bei 20° und 90%iger Auflösung in Minuten

	G1	G2	G3	G4	G5	V
Tag der Herstellung	2,54	2,32	2,39	2,50	2,56	3,43
nach 3 Wochen Lagerzeit bei 25 °C	2,03	2,18	2,17	2,28	2,35	3,20

## Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung von festen Wasch- und Reinigungsmitteln mit hohem Schüttgewicht oder einer Komponente eines festen Wasch- und Reinigungsmittels mit hohem Schüttgewicht durch Zusammenfügen fester und flüssiger Waschmittelrohstoffe unter gleichzeitiger oder anschließender Formgebung und gewünschtenfalls Trocknung, wobei man Aniontenside, Buildersubstanzen, Alkalisierungsmittel und flüssige Niotenside sowie gegebenenfalls Wasser oder wäßrige Lösungen einsetzt, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst alle festen Bestandteile miteinander vermischt und anschließend die flüssigen Bestandteile hinzugegeben werden, wobei zur Verbesserung des Auflösungsverhaltens ein Zusatzstoff aus der Gruppe der Fettalkylsulfate, Olefinsulfonate, alkylaromatischen Sulfonate und Mischungen aus diesen nach dem Vermischen der festen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wird.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Zusatzstoff Alkylsulfate mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen allein oder in Mischungen, vorzugsweise C<sub>8</sub>-Alkylsulfat, C<sub>12</sub>-Alkylsulfat, Mischungen aus C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkylsulfaten, C<sub>12</sub>- und C<sub>14</sub>-Alkylsulfaten sowie C<sub>8</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkylsulfaten, eingesetzt werden.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Zusatzstoff Olefinsulfonate mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise C<sub>13</sub>-C<sub>18</sub>-Olefinsulfonat und insbesondere C<sub>13</sub>-C<sub>17</sub>-Olefinsulfonat eingesetzt werden.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Zusatzstoff Toluolsulfonat oder Cumolsulfonat eingesetzt werden.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Zusatzstoff in fester Form als letzter fester Bestandteil zu den übrigen vermischten festen Bestandteilen hinzugegeben wird.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Mischung, vorzugsweise in einer 25 bis 60gew.-%igen und insbesondere in einer 30 bis 45gew.-%igen wäßrigen Lösung in das Verfahren eingebracht wird.
- Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Lösung vor der Zugabe der übrigen flüssigen Bestandteile in das Verfahren eingebracht wird.
- Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in Form einer wäßrigen Lösung mit den flüssigen Niotensiden bzw. Niotensidgemischen intensiv vermischt und zusammen mit ihnen in das Verfahren eingebracht wird.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in

den Mengen in das Verfahren eingebracht wird, daß sein Gehalt 0,5 bis 8 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, beträgt.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in den Mengen in das Verfahren eingebracht wird, daß sein Gehalt 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 4 Gew.-% und insbesondere 1 bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssigen Niotenside in inniger Vermischung mit einem Strukturbrecher in einem Gewichtsverhältnis flüssiges Niotensid : Strukturbrecher von 10 : 1 bis 1 : 2 in das Verfahren eingebracht werden.

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Strukturbrecher Polyethylenglykol oder Polypropylenglykol mit einer relativen Molekülmasse zwischen 200 und 12 000, vorzugsweise zwischen 200 und 4000, ethoxylierte C<sub>8</sub>—C<sub>18</sub>-Fettalkohole mit 20 bis 45 EO oder Mischungen aus diesen eingesetzt werden.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß als Strukturbrecher Polyethylenglykol mit einer relativen Molekülmasse zwischen 200 und 2000, vorzugsweise zwischen 200 und 600, Talgalkohol mit 30 bis 40 EO und Mischungen aus diesen eingesetzt werden.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis flüssiges Niotensid : Strukturbrecher 8 : 1 bis 1 : 2, vorzugsweise 5 : 1 bis 1 : 2 und insbesondere 10 : 3 bis 2 : 3 beträgt, wobei als flüssiges Niotensid vorzugsweise ein ethoxylierter Fettalkohol eingesetzt wird.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere wäßrige Lösungen weiterer Bestandteile, vorzugsweise mindestens eine wäßrige Lösung eines homo- oder copolymeren Polycarboxylats, im Anschluß an die Zugabe der flüssigen Niotenside oder der flüssigen Mischungen, welche die Niotenside enthalten, in das Verfahren eingebracht werden.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Aniontenside in fester Form eingesetzt und vorzugsweise als erster Bestandteil in der ersten Verfahrensstufe vorgelegt werden.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, daß Tenside in den Mengen eingesetzt werden, daß die Summe aus Tensiden und Zusatzstoff 15 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 45 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß man 5 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 8 bis 35 Gew.-% Aniontenside und 1 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 10 Gew.-% Niotenside, jeweils bezogen auf das Mittel, einsetzt, wobei das Gewichtsverhältnis Aniontensid : Niotensid vorzugsweise mindestens 1 : 1 und insbesondere 2 : 1 bis 10 : 1 beträgt.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß man 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, an Seife einsetzt.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß man als weiteren festen Bestandteil Zeolith in Mengen von 18 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise bis 40 Gew.-%, jeweils bezogen auf wasserfreie Substanz, einsetzt.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß man als weitere feste Bestandteile Bleichmittel, vorzugsweise Perborat-monohydrat in Mengen von 5 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, einsetzt.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß als weitere Bestandteile ein optischer Aufheller und ein blauer Farbstoff eingesetzt werden.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß man das Zusammenfügen und Formgeben nach einem Verfahren durchführt, bei dem ein festes homogenes Vorgemisch unter Zusatz eines Plastifizier- und/oder Gleitmittels über Lochformen mit Öffnungsweiten der vorbestimmten Granulatdimension bei hohen Drücken zwischen 25 und 200 bar strangförmig verpreßt und der Strang direkt nach dem Austritt aus der Lochform mittels einer Schneidevorrichtung auf die vorbestimmte Granulatdimension zugeschnitten wird.

24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß der Bleichaktivator, die Enzyme sowie Duftstoffe nachträglich zu den Extrudaten zugemischt werden.

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß man das Zusammenfügen und Formgeben nach einem Verfahren durchführt, bei dem entweder die festen Inhaltsstoffe eines Wasch- und Reinigungsmittels oder ein sprühgetrocknetes Wasch- und Reinigungsmittel oder eine Mischung aus sprühgetrockneten und nicht sprühgetrockneten festen Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln, gegebenenfalls einschließlich des Zusatzstoffes, in einem schnelllaufenden Mischer kompaktiert und gleichzeitig in diesem Mischer oder im Anschluß daran in einer weiteren Vorrichtung mit den flüssigen Bestandteilen, gegebenenfalls einschließlich der wäßrigen Lösung eines Zusatzstoffes, vermischt beziehungsweise beaufschlagt wird.

26. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Schüttgewicht der Wasch- und Reinigungsmittel zwischen 600 und 1000 g/l einstellt.

27. Verwendung eines Zusatzstoffes aus der Gruppe der Fettalkylsulfate und Olefinsulfonate zur Verbesserung des Auflöseverhaltens von festen Wasch- und Reinigungsmitteln.

28. Verwendung nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß Alkylsulfate mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen allein oder in Mischungen, vorzugsweise C<sub>8</sub>-Alkylsulfat, C<sub>12</sub>-Alkylsulfat, Mischungen aus C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkylsulfaten, C<sub>12</sub>- und C<sub>14</sub>-Alkylsulfaten sowie C<sub>8</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkylsulfaten, als das Auflöseverhalten verbessernde Zusatzstoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln verwendet werden.

29. Verwendung nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß Olefinsulfonate mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise C<sub>13</sub>—C<sub>18</sub>-Olefinsulfonat und insbesondere C<sub>13</sub>—C<sub>17</sub>-Olefinsulfonat, als das Auflöseverhalten verbessernde Zusatzstoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln verwendet werden.

# DE 42 03 031 A1

30. Verwendung nach einem der Ansprüche 27 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in den Mengen verwendet wird, daß sein Gehalt 0,5 bis 8 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, beträgt.

31. Verwendung nach Anspruch 30, dadurch gekennzeichnet, daß der per se feste Zusatzstoff in den Mengen verwendet wird, daß sein Gehalt 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 4 Gew.-% und insbesondere 1 bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Mittel, beträgt.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

THIS PAGE BLANK (USPTO)

4064 876